

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-151226

(43)Date of publication of application : 31.05.1994

(51)Int.Cl.

H01F 41/18  
C22C 38/00  
C23C 14/34  
// H02K 15/03

(21)Application number : 04-148756

(71)Applicant : YASKAWA ELECTRIC CORP

(22)Date of filing : 14.05.1992

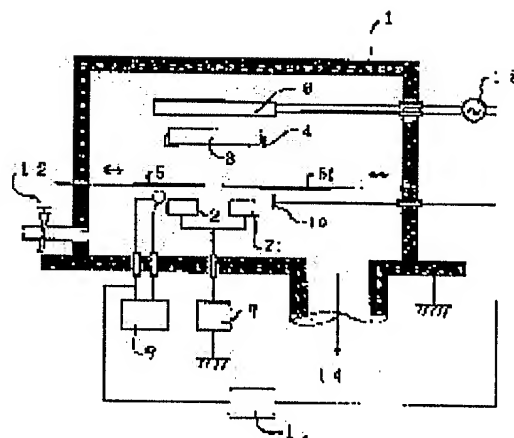
(72)Inventor : YAMASHITA SHINJI  
KIYOURA HIROYUKI  
KAKO HISAYUKI

## (54) FILM MAGNET FORMING METHOD

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To improve magnetic characteristics, especially coercive force and squareness ratio of a film by a method wherein a magnet is formed by alternate ly laminating an R-Fe-B (R indicates a rare earth element containing Y) magnet layer, having anisotropy in film thickness direction and the specific value or smaller, and a metal layer of the thickness in the specific value.

**CONSTITUTION:** A first target 2, which is formed and cast with Nd in a thin film of 13atom%, B of 12atom% and the remainder consisting of Fe, is used. Also, pure Ti is used for the second target 21. These targets are attached to a sputtering electrode, and after a substrate 3 has been provided on a base stand 4, a vacuum container 1 is evacuated. A sputtering operation is conducted by opening a first shutter 5 only, a film of about 5 $\mu$ m in thickness is formed, and the first shutter 5 is closed. Then, another sputtering operation is conducted by opening a second shutter 5, a film of about 0.01 $\mu$ m in thickness is formed, and the shutter 51 is closed. The above-mentioned operation is repeated eight times, and a laminated film of about 40  $\mu$ m in total thickness is formed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-151226

(43)公開日 平成6年(1994)5月31日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

H 0 1 F 41/18

C 2 2 C 38/00

C 2 3 C 14/34

// H 0 2 K 15/03

3 0 3 D

9046-4K

A 7429-5H

審査請求 未請求 請求項の数2(全 4 頁)

(21)出願番号

特願平4-148756

(22)出願日

平成4年(1992)5月14日

(71)出願人 000006622

株式会社安川電機

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

(72)発明者 山下 慎次

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

株式会社安川電機内

(72)発明者 京良 裕行

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

株式会社安川電機内

(72)発明者 加来 久幸

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

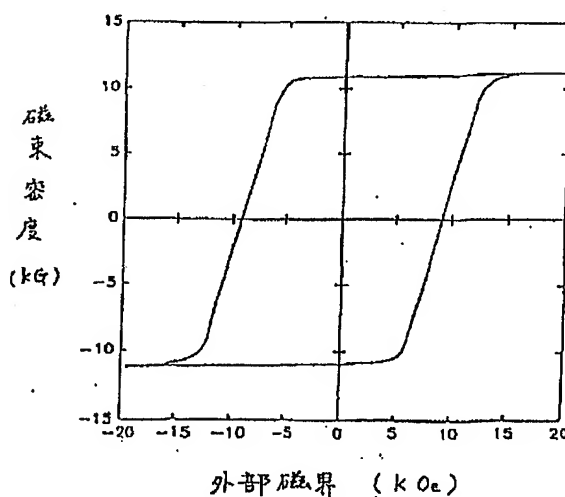
株式会社安川電機内

(54)【発明の名称】 膜磁石の形成方法

(57)【要約】

【構成】 膜磁石の製造方法において、膜厚方向に異方性を持つ $5\mu\text{m}$ 未満の $\text{R-Fe-B}$  (RはYを含む希土類元素) 磁石層と厚さ約 $10\sim 400$ オングストロームの金属層とを交互に積層して形成するか、または、膜厚方向に異方性を持つ $\text{R-Fe-B}$  磁石層を $5\mu\text{m}$ 未満に形成した後、一定時間休止し、再び $5\mu\text{m}$ 未満形成する間欠的成膜方法により積層して形成している。

【効果】 合計の膜厚が厚くなっても膜厚方向に異方性を有する高エネルギー積の膜磁石を得られるので、膜磁石の用途が広がり、磁気を応用した装置の高性能化、小型化が可能となる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 希土類元素を含む膜磁石をスパッタリング法で形成する方法において、膜厚が約10～400オングストロームの金属層と膜厚方向に異方性を持つ5 $\mu$ m未満の $R_2Fe_{14}B$ （RはYを含む希土類元素）合金層とを交互に積層することを特徴とする膜磁石の形成方法。

【請求項2】 希土類元素を含む膜磁石をスパッタリング法で形成する方法において、膜厚方向に異方性を持つ $R_2Fe_{14}B$ （RはYを含む希土類元素）を主相とする合金層を、5 $\mu$ m未満形成した後休止し、再び前記合金層を5 $\mu$ m未満形成する工程を少なくとも2回繰り返すことを特徴とする膜磁石の形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は磁気記録媒体や高性能小型モータ等に用いられる膜磁石の形成方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 大きな保磁力と最大エネルギー積（BH）<sub>max</sub>を有する希土類—Fe—B系磁石は機器の小型化に貢献するためその利用が進められている。しかし、この磁石は成形性と加工性が困難なため薄肉化や特殊形状での使用が出来ない。そのため、たとえばNd—Fe—B系磁石では液体急冷法、スパッタリング法、スプレー法等により、任意の形状の膜を形成する研究が行われており、たとえば、本発明者らによる特願平2-191052に示されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、この膜磁石を5 $\mu$ m以上の厚さにすると柱状晶の粒径が粗大化していき、膜の磁気特性、特に保磁力と角形比が低下する。例えば40 $\mu$ mの膜厚では、図3に示すように低い直流磁化特性となるため、膜磁石の用途が限られていた。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 そこで、このような問題を解決するため、本発明の膜磁石では、膜厚方向に異方性を持つ5 $\mu$ m未満のR—Fe—B（RはYを含む希土類元素）磁石層と厚さ約10～400オングストロームの金属層とを交互に積層して形成するか、または、膜厚方向に異方性を持つR—Fe—B磁石層を5 $\mu$ m未満に形成した後、一定時間休止し、再び5 $\mu$ m未満形成する間欠的成膜方法により積層して形成している。

## 【0005】

【作用】 上記手段のように薄い金属層を磁石合金層に挟むことにより、柱状晶の粗大化が抑えられ、積層された膜厚の合計が5 $\mu$ m以上となっても膜厚方向に異方性を持つ高エネルギー積の膜磁石が得られる。金属層の厚さは10オングストローム以下では結晶粒の粗大化が抑制できず、また400オングストローム以上では、金属層

が非磁性体の場合、飽和磁化が低下し、金属層が磁性体の場合には磁化曲線に屈曲が現れるため、優れた磁気特性は得られない。また、磁石合金層を間欠的に成膜することにより、スパッタリング時のプラズマによる膜表面の温度上昇が抑えられるので、柱状晶の粗大化が抑えられ、5 $\mu$ m以上の厚さでも膜厚方向に異方性を持つ高エネルギー積の膜磁石が得られる。

## 【0006】

【実施例】 以下、本発明を実施例を示す図に基づいて詳述する。図1は本発明の膜磁石の形成に用いた多極マグネトロンスパッタリング装置の断面図である。真空容器1内に第1のターゲット2を設け、これと対向させて40mmの間隔を置き基板3を基板取付台4に配置している。基板3はヒータ6によって加熱することができ、温度をヒータ電源13によってコントロールできるようにしてある。第1のターゲット2と基板3の間にはスパッタリング初期に飛散する粒子が基板に付着するのを防ぐため第1のシャッタ5および第2のシャッタ51を配設しており、第1のターゲット2および第2のターゲット21にはターゲット電源7によって直流電圧または高周波電圧を印加できるようにしてある。ターゲットの近傍にはフィラメント8とアノード電極10を配置し、フィラメント電源9によりフィラメントを加熱し熱電子を発生させてアノード電極10へ集めるようにしており、フィラメント電源9とアノード電源11によりターゲット電流は任意に変えられるので、ターゲット電圧とターゲット電流はそれぞれ独立に変えることが可能である。

（第1の実施例） 第1のターゲット2は薄膜中のNdが13原子%、Bが12原子%、残部がFeとなるように溶解鑄造したものをを用い、第2のターゲット21は純Tiを用いた。このターゲットをスパッタリング電極に取り付け、基板3を基板台4に設置した後、真空容器1内を排気系14により $2 \times 10^{-6}$  Torr以下に排気する。ヒータ電源13を調整しながら基板を460℃に加熱しておき、フィラメント電源9を調整してフィラメント8を加熱した後、アルゴンガス導入バルブ12を開いてアルゴンガスを導入し、圧力が $8 \times 10^{-3}$  Torrになるように調整した。アノード電源を調整してターゲット電流を0.5Aにした後、シャッタ5及び51を閉じたままターゲット電源7により負の直流電圧300Vを印加して30分間予備スパッタリングを行い、ターゲット表面の酸化物などを除去し、第1のシャッタ5のみを開いてスパッタリングを行い、約5 $\mu$ mの厚さの膜を形成して第1のシャッタ5を閉じた。次に第2のシャッタ51を開いてスパッタリングを行い、約0.01 $\mu$ mの厚さの膜を形成してシャッタ51を閉じた。以上の操作を8回繰り返し、全体の厚さが約40 $\mu$ mの積層膜を形成した。この後、再び真空容器内を $2 \times 10^{-6}$  Torr以下に排気し、基板温度が室温になるまで冷却した。この条件で作製した膜磁石の直流磁化特性を図2に示す。膜厚方向に

磁場を印加した時の磁気特性であり、膜厚方向に異方性をもち、最大エネルギー積が10 MGOeを超えていた。本実施例では、主相としてNd-Fe-Bを用いたが、Pr-Fe-B-Cuを用いてもよく、また、保磁力向上のためにDy、Tbなどを添加したもの、耐熱性向上のためにCoなどを添加したものを用いてもよい。また、金属層としては主相の連続性を阻止しさえすればよいので、Tiに限らず融点が500°C以上の金属であれば何でも良い。

(第2の実施例) ターゲット2は薄膜中のNdが13原子%、Bが12原子%、残部がFeとなるように溶解鋳造したものを用いた。このターゲットをスパッタリング電極に取り付け、基板3を基板台4に設置した後、真空容器内を排気系14により $2 \times 10^{-6}$ Torr以下に排気する。ヒータ電源13を調整しながら基板を460°Cに加熱しておき、フィラメント電源9を調整してフィラメント8を加熱した後、アルゴンガス導入バルブ12を開いてアルゴンガスを導入し、圧力が $8 \times 10^{-3}$ Torrになるように調整した。アノード電源を調整してターゲット電流を0.5Aにした後、シャッター5を閉じたままターゲット電源7により負の直流電圧300Vを印加して30分間予備スパッタリングを行い、ターゲット表面の酸化物などを除去し、シャッター5を開いてスパッタリングを行い、約5 $\mu$ mの厚さの膜を形成してシャッター5を閉じた。1分後に再びシャッター5を開いてスパッタリングを行い、約5 $\mu$ mの厚さの膜を形成してシャッター5を閉じた。以上の操作を8回繰り返し、全体の厚さが約40 $\mu$ mの積層膜を形成した。この後、再び真空容器内を $2 \times 10^{-6}$ Torr以下に排気し、基板温度が室温になるまで冷却した。この条件で作製した膜磁石の直流磁化特性を測定したところ、第1の実施例と同様に図2に示すような膜厚方向に異方性をもつ、最大エネルギー積が10 MGOeを超える良好な結果が得られた。この間欠的に成膜する方法においても、第1の実施例と同様に主相のN

d-Fe-BのかわりにPr-Fe-B-Cuを用いてもよく、また、保磁力向上のためにDy、Tbなどを添加したもの、耐熱性向上のためにCoなどを添加したものを用いてもよい。

【0007】

【発明の効果】以上述べたように本発明によれば、磁性層の膜厚が5 $\mu$ m未満毎に薄い金属層を設けるか、または、磁性層の膜厚が5 $\mu$ m未満毎に休止して間欠的に成膜する方法を用いているので、合計の膜厚が厚くなっても膜厚方向に異方性を有する高エネルギー積の膜磁石を得られる効果がある。このため膜磁石の用途が広がり、磁気を応用した装置の高性能化、小型化が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に用いた多極マグネトロンスパッタリング装置の断面図。

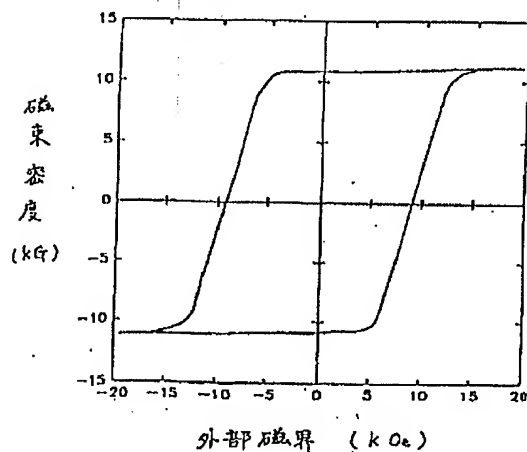
【図2】本発明の膜磁石の直流磁化特性を示す図

【図3】従来の膜磁石の直流磁化特性を示す図

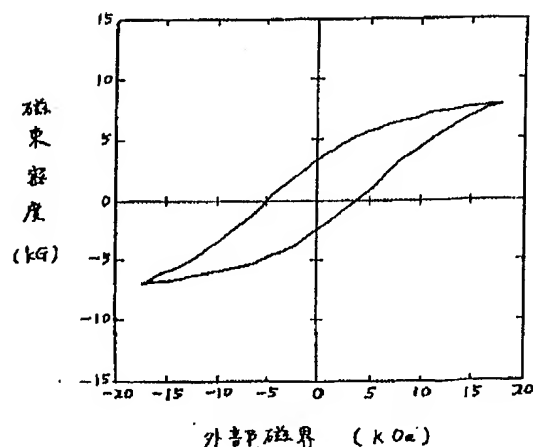
【符号の説明】

- 1：真空容器
- 2：第1のターゲット
- 3：基板
- 4：基板取付台
- 5：第1のシャッター
- 6：ヒータ
- 7：ターゲット電源
- 8：フィラメント
- 9：フィラメント電源
- 10：アノード電極
- 11：アノード電源
- 12：アルゴンガス導入バルブ
- 13：ヒータ電源
- 14：排気系
- 21：第2のターゲット
- 51：第2のシャッター

【図2】



【図3】



【図 1】

